**DERWENT-ACC-NO:** 

1985-265778

**DERWENT-WEEK:** 

198543

# COPYRIGHT 2007 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE:

Ultra high pressure sintered **cubic boron nitride** - used for cutting tools, contg. titanium, carbide, titanium nitride, **aluminium oxide** and titanium aluminium nitride

 KWIC	

## Basic Abstract Text - ABTX (1):

Cubic boron nitride powder having not larger than 10 microns of mean particle size, titanium carbide powder having not larger than 0.2 microns of mean particle size, titanium nitride powder of not larger than 1 micron of mean particle size, aluminium oxide powder having not larger than 0.2 microns of mean particle size and Ti2A1N powder (formed by the reaction of titanium nitride and intermetallic cpd. of Ti-AI) are prepd..

# Basic Abstract Text - ABTX (2):

A compsn. comprising 20-80 vol.% of **cubic BN**, 5-50 vol.% of TiC vol.% of **Al2O3** and 5-20 vol.% of Ti2AlN, is shaped by pressing. The shaped body is subjected to preliminary sintering in vacuum lower than 10 power -2 torr of press. at 1200-1400 deg.C. for 5-60 mins., then it is sintered at 1200-1500 deg.C. under 40-70 KB of press. for 5-60 mins..

## Basic Abstract Text - ABTX (3):

Ultrafine Al2O3 powder having not larger than 0.2 microns of mean particle size prepd. by high temp. hydrolysation of anhydrous aluminium chloride are used.

# Basic Abstract Text - ABTX (4):

USE/ADVANTAGE - Sintered body of **cubic boron nitride** having high density, high abrasion-resistance and high tenacity, is useful for mfg. cutting tools. /0

## Title - TIX (1):

Ultra high pressure sintered **cubic boron nitride** - used for cutting tools, contg. titanium, carbide, titanium nitride, **aluminium oxide** and titanium aluminium nitride

# Standard Title Terms - TTX (1):

ULTRA HIGH PRESSURE SINTER CUBE BORON NITRIDE CUT TOOL CONTAIN TITANIUM CARBIDE TITANIUM NITRIDE ALUMINIUM OXIDE TITANIUM ALUMINIUM NITRIDE

# ⑩ 公 開 特 許 公 報 (A) 昭60 - 176973

@Int_Cl_4	識別記号	庁内整理番号		❸公開	昭和60年(198	85)9月11日
C 04 B 35/58 35/10 35/56 35/58	103	7158-4G 7412-4G 7158-4G 7158-4G	年本等少	ata (Parth	24四0数 1	(A a 35)
33/30	. 101	/156-4G	審査請求	未請求	発明の数 1	(全 7頁)

②特 願 昭59-31958

20出 願 昭59(1984)2月22日

切発 明 者三 輪紀 章岐阜県安八郡神戸町大字末守664番地切発 明 者粥 川正 実岐阜県安八郡神戸町大字末守337番地の9切発 明 者室 井文 彦大垣市林町7丁目615番地の1

⑪出 願 人 三菱金属株式会社 東京都千代田区大手町1丁目5番2号

⑩代 理 人 弁理士 富田 和夫 外1名

明 組 製

## . 1. 発明の名称

切削工具用立方晶盤化硼素基超高圧焼結 材料の製造法

## 2. 特許詢求の範囲

(1) 原料粉末として、平均粒径:10μm 以下の立方晶密化硼紫粉末、同0.2μm 以下の超酸粒炭化チタン粉末、同1μm以下の窒化チタン粉末、同0.2μm 以下の超微粒酸化アルミニウム粉末、および1μm 以下の平均粒径を有し、窒化チタンと、Ti-Al の金粒間化合物とを反応させることにより生成させた焼結助剤としてのTi2AlN 粉末を用意し、

これら原料粉末を、容量がで、

立方晶盤化硼累: 2 0~8 0 €、

炭化チタン、または炭化チタンと窒化チタン(た だし鈴化チタンノ(炭化チタン+ 엹化チタン) = 0.05~0.5、容數比):5~50%.

敵化アルミニウム:10~70万。

Ti 2A&N : 5 ~ 2 U % .

からなる配合組成に配合し、

この配合粉末を混合した後、プレス成形にて止. 粉体に成形し、

ついて、この圧粉体に、10<sup>-2</sup> torr 以下の真空中、温度:1200~1400℃、保持時間:5~60分の条件で予備焼結を施すことによつて、Ti<sub>2</sub>AeNの分解により生成したTiNと超微粒炭化チタンとを反応させて耐熱特性のすぐれた微細な炭裂化チタンと超微粒酸化プルミニウムとが強固に絡み合つた高強度および高製性を有し、かつマイクロボイドのきわめて少ないスケルトン組織を形成し、

引続いて、この予備統結体に、温度:1200~ 1500℃、圧力:40~70KB、保持時間:5~ 60分の立方晶窒化硼素の安定な温度~圧力条件 で超高圧焼結を施して真密度とすることを特徴と するすぐれた耐摩粍性および高靭性を有する切削 工具用立方晶盛化硼紫基超高圧焼結材料の製造法。

(2) 化学気相蒸潜法により製造された平均粒径 : 0.0 5 ~ 0.1 4m を有する超微粒炭化チタン粉末 を原料粉末として使用することを特徴とする特許 請求の範囲第(1)項記載の切削工具用立方晶盤化硼 業基超高圧焼結材料の製造法。

(3) 無水塩化アルミニウムを高温加水分解する ことにより製造された平均粒径: 0.2 μm以下を有 し、かつ結晶構造が主として「構造で、一部が 8 構造よりなる超微粒酸化アルミニウム粉末を原料 粉末として使用することを特徴とする特許請求の 範囲第(1)項記載の切削工具用立方晶酸化硼素基超 高圧焼結材料の製造法。

## 3. 発明の詳細な説明

この発明は、すぐれた耐摩牦性と高製性、さらに真密度を有し、特にこれらの特性が要求される高硬度鋼や表面部の側さ勾配が急級な浸炭焼入れ鋼などの切削に切削工具として用いた場合にすぐれた切削性能を示す立方都器化硼器(以下CBN

に過大な切削抵抗 (殊に背分力)が加わる場合や、より耐熱特性が製求される場合、さらに被削材の 表面部の硬さ勾配が急激な設設機入れ鋼などを切 削する場合には、強度および 脚性不足が原因して 所望の安定した切削性能を示さず、必ずしも併順 性の高いものではなかつた。

そとで、本発明者等は、上記先行発明のCBN 悲超高圧焼結材料に脂目し、これに高強度と高製 性を付与すべく研究を行なつた結果、

原料物末として、平均粒径:10μm以下のCBN 物末、同0.2μm 以下の超微粒炭化チタン(以下 TiC で示す)粉末、同1μm 以下の酸化チタン (以下 TiN で示す)粉末、同0.2μm 以下の超微 粒 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 粉末、および同1μm 以下のTi<sub>2</sub>AlN 粉 末を用意し、これら原料粉末を。

CBN: 20~80%.

TiC、または TiC + TiN ( ただし、容量比で、 TiN / (TiC+TiN)=0.05 ~ 0.5):5~50%.

Al203: 1 0 ~ 7 0 %.

Ti 2A&N : 5 ~ 2 0 % .

で示す)蓝超高圧焼結材料の製造法に関するもの である。

先に同一出顧人は、特願昭 5 3 - 100932 号 (特開昭 5 5 - 31517 号)として。

周期律表の4 a , 5 a , および6 a 族金與の炭化物、窒化物、炭窒化物、炭酸化物、または炭窒酸化物からなる高触点化合物:5 ~ 5 0 %

酸化アルミニウム(以下 Aℓ<sub>2</sub>O<sub>3</sub> で示す): 」U ~7 U S

CBNおよび不可避不納物:25~85%、からなる組成(以上容量%、以下%は容量%を示す)を有し、特に高硬度鋼やNi基耐熱合金などの切削に切削工具として用いた場合にすぐれた切削性能を発揮するCBN基超高圧統結材料を特許出願した。

確かに、上記の先行発明のCBN基超高圧締結材料は、通常の条件での切削に際してはすぐれた切削性能を示すものの、生産性向上をはかる目的で、例えば高硬度鋼を深切り込み、あるいは高送り切削する際に見られるような切削工具に相対的

からなる配合組成に配合し、この配合粉末を混合した後、プレス成形にて圧粉体に成形し

ついで、この圧粉体に、10<sup>-2</sup> torr 以下の真空 中、温度:1200~1400℃、保持時間:5 ~60分の条件で予開賠結を施すと、この予備焼 結時に、Ti2ABNが焼結助剤として働き、これより 分解生成した TiN が超 敬 粒 TiC と反応して活性に 富んだ超微粒炭器化チタン(以下 TiCN で示す) を形成し、一方、通常結晶構造が主としてて構造 で、 その一部が β 構造 よりなる 超 微 粒 A ℓ 2 U 3 が α 構造に結晶変態し、粒子再配列による厳密化過程 を経て、著しく怙性化したものとなることから、 この結果得られた予備焼結体は、前記芯性化した 超微物 TiCN と α - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> の間で、堅固に絡み合つ て強固に結合し、かつマイクロボイドのきわめて 少ない高密度にして高強度の三次元スケルトン組 級を形成するようになるので焼結材料の耐熱特性 が一段と向上するようになり、

引続いて、この予備焼結体に、超高圧装置を用い、CBNの安定な温度一圧力条件、すなわち温

度: 1200~1500℃, 圧力: 40~70 KB. 保持時間: 5~60分の条件で超高圧結結を施すと、 耐降耗性にすぐれ、かつ高強度および高靱性を有する異密度の焼結材料が得られるようになるという 知見を得たのである。

この発明は、上記知見にもとついてなされたものであつて、以下に製造条件を上記の通りに限定した理由を説明する。

- A. 原料粉末の平均粒径
- (1) CBN粉末

CBN粉末の平均粒径が10μmを越えると、比 装面積が少なくなることに原因してCBN相と、 活性化した超数粒TiCNおよび超数粒Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>とが強 固に結合して形成されたスケルトン組織からなる 結合相との間でのつきまわりが不充分になり、こ の結果充分な外面強度が得られず、切削時にCBN 粒子の脱落によるチッピング等の損傷が発生しや すくなることから、CBN粉末の平均粒径を10 μm 以下とした。

(2) 超微粒 TiC 粉末

#### (4) Ti2AeN 粉末

Ti2AlN粉末は、Tiの設化物とTi-Al金属間化合物を原料とし、これを真空中あるいは不活性ガス中で加熱反応させることにより製造されるものであり、上配のように予解焼結時に、焼結助剤として作用し、CBN間でTiCN-Al2O3の三次元スケルトン組織を形成するのに不可欠の原料粉末で

上記の通り、朝後粒TiCは、予爛焼結に際して 機結助剤であるTi 2A&N と反応し、より耐熱特性 にすぐれ、かつ活性化した超微粒TiCN を形成する
の分であり、この反応を完全に行なわしめるためには、その平均粒径を 0・2 μm 以下、 銀まわら超 数粒TiC の平均粒径が 0・2 μm を 越えると、 前記 の反応が不十分となり、未反応の TiC が 没な の反応が不十分となり、未反応の TiC が 没強 の方になって、 材料が高温で安定した切り強を ようになって、 材料が高温で安定した切り強を ようになって、 材料が高温で安定した切り強を よってくなるのである。なか、超微粒 TiC 粉で にするのがよい。

## (3) 超微粒 Al2O3 粉末

超酸粒 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> は、上配の通り通常結晶構造が主として r 協造で、その一部が δ 構造よりなるが、予備競結時に、α結晶構造に変態し、粒子再配列による 数密化過程を経て、活性化したものとなり、この活性化した超数粒 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> と同じく活性化した超数粒 TiCN とが強固に結合したスケルトン組織を形成し、マイクロポイトの少ない高密度にして

あるが、その平均粒径が 1 um を超えると、相対的に表面積の減少をきたし、上記の分解反応が緩慢になり、粒子間相互の結合が強固にして高密度のスケルトン組織を形成することが困難になることから、その平均粒径を 1 um 以下と定めた。

#### (5) TIN粉末

超微粒 TIC 粉末の一部を、TiN 自体のもつすぐれた高温安定性を生かすため、必製に応じて TiN 粉末で懺換した場合、前配の超微粒 TiCN と超微粒 Al2Os とが強固に結合したスケルトン超級中に TiN が分散あるいは一部固溶した超級をもつようになるが、その平均粒径が1μm を越えると、 超微粒 TiC と Ti2AlN との反応が阻害されるようになるばかりでなく、均一に絡み合ったスケルトン組織を形成するととが困難になることから、その平均粒径を1μm 以下と定めた。

B. 配合組成

(1) C B N

CBNは、ダイヤモンド次ぐ便さ(ビッカース 便さで6000~7000kg/mm²)を有し、かつダイ ヤモンドより高温まで安定した性質をもつほか、 鉄族金額に対して反応しにくい性質をもつもので あり、したがつてその配合量が20多未満では、 所望の耐撃耗性を確保することができず、一方そ の配合量が80多を越えると、相対的にCBNの 量が多くなり過ぎてスケルトン組織の形成が不十 分となり、この結果靭性低下をもたらし、切削時 にチッピング摩耗を生じやすくなることから、そ の配合量を20~80多と定めた。

#### (2) TiC

TiC には、上記のように焼結助剤であるTi 2A&N と反応し、より耐熱特性にすぐれ、かつ活性化した超微型 TiCN を形成し、かつこれがスケルトン 組織の一貫を悔成して焼結材料の靱性を向上させる作用があるが、その配合質が5%未満では前記 作用に所望の効果が得られず、一方50%を越え た配合質になると、TiC が残留するようになり、 安定した高温強度を得ることが困難になることか ら、その配合質を5~50%と定めた。また、この場合、その一部をTiNで微換すると耐熱特性が

#### (4) Ti 2AlN

Ti 2AlN は、上記の通り予備賠結時に焼結助剤 として働き、超微粒 TiC と反応して超微粒 TiCN を形成し、これと超微粒 Aℓ2O3 との間で結合力の 強固なスケルトン組織を形成するのに不可欠のも のである。したがつて、その配合性が5ヵ未満で は超微粒 TiCN の形成が不十分で、所望の著しく 制性に監んだスケルトン組織を形成することがで きず、一方その配合量が208を越えると、 TiN やABN が燃結材料中に残存するようになり、これ ら TIN や AlN は安定な化合物であるため、反応性 に乏しく、強固な結合力をもつたスケルトン組織 を形成するのに阻害成分として作用するようにな ることから、その配合質を5~20多と定めた。 なお、この場合、Ti2AlN K代つて、TiN, AlN, TiAl,あるいはTiAlaなどを焼結助剤として用い てもTi2AlN と同じ作用効果が得られるものでは ない。すなわち、TINの場合、それ自体が安定な 耐熱酸化物であるために、構成成分であるCBN、 超微粒 TiC, および超微粒 Al2O3 を結びつける反

一段と向上するようになるので、例えば切削用途として、高い発熱を伴う場合や熱衝撃の加わる場合などに必要に応じて配合されるが、その戦後はがTiC に対する割合で5 多米湖では、所望の特性向上効果が得られず、一方同5 0 多を越えると、超微粒TiCN の形成が越少し、強固な結合力をも、 Dt Nの 世後 量は、 TiC に対する割合で5 ~5 0 多、 TiNの 世後 量は、 TiC に対する割合で5 ~5 0 多、 すをわち、 TiN/(TiC+TiN)= 0.05 ~ 0.5 多としなければならない。

## (3) A & 2 O 3

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> には、上配の通り予備焼結時に、活性化したα-結晶構造に変態し、もつて活性化した超微粒 TiCN と初性に富んだスケルトン組織を形成する作用があるが、その配合質が10%米消化は前配作用に所認の効果が得られず、一方70%を認えた配合になると、相対的にCBNの配合財が少なくなりすぎて、所望のすぐれた耐靡耗性を確保することができなくなることから、その配合財を10~70%と定めた。

応を生じさせるととは不可能である。また、A&N も同様に蒸気圧が高く、安定な化合物であるため、反応性に乏しく、かつ予備機結後の超高圧筋結にかいて、筋結阻害因子として作用するものである。さらに、TiA&ヤTiA&は、予備結結時に容易に分解するが、この場合相対的に過剰なA&が発生し、前配のA&Nを形成するようになるものであり、とのように予備
焼結時に、A&Nを形成するTiA&ヤTiA&。こちに 焼結時に、A&Nを形成するTiA&ヤTiA&。ことが、 金属A&を焼結助剤として用いるのは望ましくない。

#### C. 予備糖結条件

下、銀ましくは」U<sup>-4</sup> torr 以下とした状態で、CBN が六方晶型に完全に逆変態してしまわない範囲内のできるだけ高い温度にして、完全に変態した α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> が得られる温度、すなわち1200~1400℃に加熱することにより行なうことができるものであり、かつ反応保持時間も5~60分で十分である。

#### D. 超高圧燃結条件

超高圧焼結は、上配の予備焼結によつて得られたマイクロボイドが少く、初期密度の高い、高強度の予備焼結体を真密度にするために行なわれるものであり、したがつてCBNの安定な圧力をよび温度範囲で焼結する必要があり、その圧力ー温度条件として、圧力:40~70KB、温度:1200~1500でを定めたものであり、また焼結時間についても、5分未満では焼結が不十分であり、一方60分を越えた焼結時間は不必要であることから、5~60分と定めたのである。

つきに、この発明の方法を実施例により具体的に説明する。

#### **契施**例

原料粉末として、平均粒径: 3 //m の C B N 粉 来、通常の化学蒸潜法により形成された同().()8 μm を有する超微粒 TiC 粉末、機械的粉砂により 關製された同 U.6μmのTiN 粉末、無水塩化アルミ ニウムの高温加水分解により製造された同 11.1 μm の 趙 微 粒 A ℓ 2 O 3 粉末。 および 機 械的 粉 砕 により 調 製された回 0.9 μm の Ti 2AlN 粉末を用意し、これ ら原料粉末をそれぞれ第1数に示される配合組成 化配合し、ポールミル化て混合した後、 3 ton/jの 圧力で、直径:10mo×厚さ:1m の寸法をも つた円板状圧粉体化プレス成形し、ついで同じく 第1表に示される条件で、前配圧粉体を予備焼結 し、引続いて、この結果得られた予備焼結体を、 同一寸法の炭化タングステン(WC)基超級合金 (Co:12 重量 多、WC:残り) 製チップに重ね 合わせた状態で超高圧装置に装入し、同じく第1 表に示される条件で超高圧燃結を行なりことによ つて本発明超高圧燃結材料」~」2をそれぞれ製 治した。また、比較の目的で、上記の予備結結を

		配合糾成(容量多)					予偏焼結条件			超高压烧精条件			切刃の 逃げ面
榧	别	CBN	TiC	TiN	Ti 2A&N	Al 203	真空度	温度	時間	真空度	温度	時間	摩托幅
							(torr)	(°C)	(分)	(torr)	(℃)	( <del>S)</del> )	(22)
本	1	20	30	-	10	40		1200	15	40	1200	15	0.17
矜	2	50 ·	20	_	10	20	10-3	1300	30	55	1350	30	0.07
朝	3	80	5	-	5	10		1400	6υ	70	1500	60	0.15
湖高	4	35	5	-	20	40			20	50	1350	20	0.08
EE.	5	35	50	-	5	10	10-2	1250					0.06
物卷	6	50	20	_	5	25	- 3	1300	30	55	1400	30	υ.υ8
Mi	7	50	20	_	.20	10	10-3						0.07
材	8	20	50	-	20	10	10-2	1250	20	40	1300	20	0.17
料	9	20	5	-	5	70							υ.20
İ	10	50	15	5	10	20	10-4	1350	45	55	1450	30	0.08
	11	5υ	15	10	10	15							0.09
	12	50	15	. 15	10	10	ļ						0.10

第1表の1

	_	•	Ac 1	全 組	成(名	学(1956)	予份	ii 糖 結 条	件・	超高	正烯精绵	e pr	切刃のっ		
tib	Sil	811	811	CBN	TiC	TiN	Ti <sub>2</sub> A&N	A & 2 () 3	真空度	温度	時 側	<b>本空底</b>	温度	時間	くい前st 離までの 時間
			<u> </u>			2		(torr)	(%)	(分)	(torr)	(°C)	(分)	(分)	
此	1	20	30		. 01	40				4 ()	1200	15	4 %		
酸一	2	50	20	_	10	20				55	1350	30	14		
超	3	80	5	_	5	10				70	1500	6υ	7		
R6	4	35	5	_	20	40	-			5υ	J 350	20	6		
-	5	35	5 ()	_	5	0 1							8		
	6	5 ()	20	_	5	25 .		-			1400	30	J ()		
結材一	7	50	20	-	20	10				55			J 2		
	8	20	5 ()	-	2 υ	10					1300 20		6.90		
1	9	20	5	_	5	7υ				40		3≇			
1	0	50	15	5	10	20	1		Ì				13		
1	1	50	J 5	0.1	10	15	-		1	5.5	1450	30	14		
1:	2	5 ()	15	15	10	10	1					-	15		

(\*印:ノーズ部にチッピングの発生あり)

第1表の2

行なわない以外は、同一の条件で比較超高圧焼結 材料」~12を製造した。

ついて、この結果符られた本発明超高圧締結材料 1 ~ 1 2 および比較超高圧焼結材料 1 ~ 1 2 から、切削チップを切出し、W C 基超硬合金製ホルタにろう付けし、研磨仕上げした後、

被削材: SCM - 4 1 5 の設炭焼入れ材(製面硬さ: H<sub>R</sub>C 6 0 ±1、 設炭階架さ: 0.7 転以上).

切削速度:120m/mi.

切り込み: 0.3 ぬ、

送 り: 0.2 mm / rev.

切削時間: 2 0 mm.

の条件で退続切削試験を行ない、切刃の逃げ面摩 耗幅を測定した。との結果を第 1 表に示した。

第1数に示される結果から、高強度と高靱性が要求される装飾部の硬さ勾配が急激な浸炭銑入れ材の切削に際して、本乳明超高圧焼結材料」~12は、いすれもすぐれた耐壓耗性を有し、かつさらに引続いての切削が可能であるのに対して、予備焼結を行なわず、圧粉体をそのまま超高圧燃結し

た比較超高圧焼結材料」~12は、いずれも3~ 」5分で切为のすくい面に剝離現象が現われ、中 にはノーズ部にチッピングが発生したものもあり、 短時間で使用対命に至るものであつた。

上述のように、との発明のCBN基超高圧焼給材料は、高強度やに適大な切削近がかかるる路で、相対的に過大な切削ががかかるる海ので、相対的に過失な場合にするのである。との関エ具とした切削性を示し、長期に直る使用を可能とするものである。

出顧人·三菱金属株式会社

代理人 富 田 和 夹外1名

## 特開昭60-176973 (プ)

統 補 正 曲 (自 発) (1 明和 59 年 4 月 11 日

特許庁長官 若 杉 和 夫 殿

1. 事件の表示

特願 昭 5 9 - 3 1 9 5 8 号

2. 発明の名称

切削工 貝 川 立 方 晶 窒 化 硼 素 基 起 高 圧 焼 精 材 料 の 製 造 法

3. 補正をする者

4. 代理人

住所 東京都千代田区神田錦町一丁目23番地・ 宗保第二ビル8階

〒 101 電話 (03) 233-1676・1677

一 氏名 弁理士 (7667) 富 田 和、夫 無國発 (ほか1名)

5. 拒絶理由通知の自付自発

6、補正の対象

明和俳の発明の詳細な説明の閲

7. 補正の内容 別紙の通り

(1) 明細書、発明の詳細な説明の項、

(a) 第17頁の第1表の1、

(b) 第18頁の第1表の2、

上記表中における超高圧焼結条件の間 「真空度(torr)」とあるを、

「圧力(Kb)」と訂正する。

以上

-355-